

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-210463

(43)Date of publication of application : 31.07.1992

---

(51)Int.Cl.

C23C 14/06

C23C 14/58

---

(21)Application number : 02-323759

(71)Applicant : MITSUBISHI MATERIALS CORP

(22)Date of filing : 27.11.1990

(72)Inventor : KOMABAYASHI MASASHI  
KOSHIMURA MASAMI

---

## (54) FORMATION OF THIN $\text{FeSi}_2$ FILM

### (57)Abstract:

PURPOSE: To obtain the title film having a thermistor constant and accordingly resistance temp. characteristics nearly independent of a change in the compsn. by specifying the temp. of a substrate when a thin  $\text{FeSi}_2$  film is formed on the substrate by PVD.

CONSTITUTION: When a thin  $\text{FeSi}_2$  film is formed on a substrate by PVD such as sputtering, the substrate is heated to 200-600° C and film formation is carried out. The resulting thin  $\text{FeSi}_2$  film is preferably annealed after heating to a certaing temperature about 500-900° C in an atmosphere of Ar, etc.

---

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

## ⑫ 公開特許公報(A) 平4-210463

⑤ Int. Cl.<sup>5</sup>C 23 C 14/06  
14/58

識別記号

庁内整理番号

8222-4K  
8222-4K

⑬ 公開 平成4年(1992)7月31日

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全3頁)

⑭ 発明の名称 FeSi<sub>2</sub>薄膜の形成方法

⑯ 特 願 平2-323759

⑰ 出 願 平2(1990)11月27日

⑱ 発 明 者 駒 林 正 士 埼玉県大宮市北袋町1丁目297番地 三菱金属株式会社中央研究所内

⑲ 発 明 者 越 村 正 己 埼玉県秩父郡横瀬町大字横瀬2270番地 三菱鉱業セメント株式会社セラミックス研究所内

⑳ 出 願 人 三菱マテリアル株式会社 東京都千代田区大手町1丁目6番1号

㉑ 代 理 人 弁理士 桑井 清一 外1名

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

FeSi<sub>2</sub>薄膜の形成方法

## 2. 特許請求の範囲

(1) PVD法によってFeSi<sub>2</sub>薄膜を形成する際に、基板温度を200℃～600℃とすることを特徴とするFeSi<sub>2</sub>薄膜の形成方法。

(2) 上記形成方法で得られたFeSi<sub>2</sub>薄膜を、さらに500℃～900℃の温度に加熱した後アニールする請求項(1)に記載のFeSi<sub>2</sub>薄膜の形成方法。

## 3. 発明の詳細な説明

## 〈産業上の利用分野〉

本発明はファンヒータ等の温度調節に用いられる高温用の薄膜サーミスタにあって、その温度検出部に用いられるFeSi<sub>2</sub>薄膜の形成方法に関する。

## 〈従来の技術〉

従来、FeSi<sub>2</sub>薄膜は以下のようにして形成されていた、すなわち、スパッタリング法、真空蒸着法等のPVD法により、基板温度を室温とした状態でその基板の上にFeSi<sub>2</sub>をアモルファス薄膜として堆積、形成し、その後、アルゴンArガス雰囲気中等でその結晶化温度(400℃)以上に加熱してFeSi<sub>2</sub>結晶を析出させることによって、FeSi<sub>2</sub>薄膜を形成していた。

このようにして得られたFeSi<sub>2</sub>薄膜は、半導体であり、大きな負の抵抗温度係数(TCR)を有している。この性質を利用してFeSi<sub>2</sub>薄膜は、薄膜サーミスタへの応用が提案されている。

## 〈発明が解決しようとする課題〉

しかしながら、このような従来のFeSi<sub>2</sub>薄膜の形成方法にあっては、第3図に示すように、このFeSi<sub>2</sub>薄膜ではその組成がSi/Fe=2.0(モル比)からはずれたときに、サーミスタの特性を決定するサーミスタ定数(B定数;  $B = \Delta$

$E/2k$ ;  $\Delta E$ は活性化エネルギー)が大きく変化してしまうという欠点を有していた。

このため、同一の基板上でのわずかな組成むらや、他の基板との間での組成差によっても、製品となったサーミスタの抵抗温度特性が大きくばらつき、実用化への障害となっていた。

そこで、本発明は、その組成の多少の変化によっても抵抗温度特性が大きく変動することがなく、サーミスタとしても好適な $FeSi_2$ 薄膜の形成方法を提供することを、その目的としている。

#### 〈課題を解決するための着眼点〉

そこで、発明者は、以下の点に着眼したものである。すなわち、アニールすることによってアモルファス薄膜から析出した $FeSi_2$ 結晶は欠陥を多く含み、その欠陥から様々なエネルギー準位が発生している。また、その $Fe-Si$ 系の組成が変化すると、その欠陥の数および種類も変化し、その結果、キャリアのエネルギー準位も変化し、 $B$ 定数が変化するものであるということが判明した。

#### 〈作用〉

本発明に係る $FeSi_2$ 薄膜の形成方法にあっては、スパッタリング法や真空蒸着法等の $PVD$ 法により基板上に $FeSi_2$ 薄膜を形成する。そして、このスパッタリング等による成膜時、その基板を $200^{\circ}C \sim 600^{\circ}C$ の範囲にまで加熱しておく。その結果、その基板上に成膜された薄膜にて $FeSi_2$ 結晶には欠陥が従来法に比較して大幅に少なくなっている。したがって、この薄膜にあっては組成の多少のずれによってもサーミスタ定数の変化は少ないものである。 $FeSi_2$ 薄膜にあって、その組成のバラツキが多少あってもその抵抗温度係数はほぼ同じであってサーミスタとして実用化に適している。

なお、基板の加熱温度は、 $200^{\circ}C$ 未満では十分な効果が得られない。

また、基板の加熱温度が $600^{\circ}C$ を超える場合には、 $600^{\circ}C$ 加熱の場合と比較して同等の効果しか得られない。

そこで、組成が変化した際にも $FeSi_2$ 結晶中の欠陥の数や種類が変化しにくい成膜方法を見出すことが必要であった。

発明者は、従来方法のように、アモルファス薄膜として成膜した後に、アニールによって析出した $FeSi_2$ 結晶は、欠陥を多く含むが、成膜中に基板を加熱することによって成膜と同時に $FeSi_2$ を結晶させた場合は、従来法と比較して、欠陥が非常に少ないことを見出した。さらに、この方法を用いると組成が多少ずれても成膜の $B$ 定数の変化が小さくなることも同時に見出した。

#### 〈課題を解決するための手段〉

本発明は、 $PVD$ 法によって $FeSi_2$ 薄膜を形成する際に、基板温度を $200^{\circ}C \sim 600^{\circ}C$ とする $FeSi_2$ 薄膜の形成方法である。

また、本発明は、上記形成方法で得られた $FeSi_2$ 薄膜を、さらに $500^{\circ}C \sim 900^{\circ}C$ の温度に加熱した後アニールする $FeSi_2$ 薄膜の形成方法である。

#### 〈実施例〉

以下、本発明に係る $FeSi_2$ 薄膜の形成方法の実施例を図面を参照して説明する。

第1図は本発明の一実施例に係る $FeSi_2$ 薄膜の形成方法を説明するためのグラフである。

この実施例では、スパッタリング法により、アルミナ基板上に $FeSi_2$ 薄膜を形成する。

スパッタリング条件は、アルゴンガス圧を $3.0 \times 10^{-3} \text{ torr}$ 、印加電力は $RF 300W$ 、ターゲットと基板との距離は $50 \text{ mm}$ である。

その際に、このアルミナ基板を $200^{\circ}C$ 、 $400^{\circ}C$ 、 $600^{\circ}C$ にそれぞれ加熱しておく。

そして、得られた $FeSi_2$ 薄膜をアルゴンガス中でさらに $500^{\circ}C \sim 900^{\circ}C$ の範囲の任意の温度まで加熱し徐冷する。

このようにして得られた $FeSi_2$ 薄膜は、その組成の変化に対するサーミスタ定数 $B$ の変動がきわめて少ない。第1図においては基板の加熱温度によるサーミスタ定数と組成のバラツキとの関係

を示している。

この場合、25℃と50℃とにおいて抵抗を測定し、この抵抗の変化率からサーモスタ定数Bを算出するものである。

また、第2図は本発明の他の実施例に係るFeSi<sub>2</sub>薄膜の組成とB定数との関係を示すグラフである。

この方法では、スパッタリングによる場合、その基板の温度を400℃～600℃と加熱した場合で、その後のアニール処理を行わない。

この場合でも、第2図に示すように、組成のずれに対してのサーミスタ定数の変動が、従来方法に比べて十分に少ないという効果が生じている。

#### <効果>

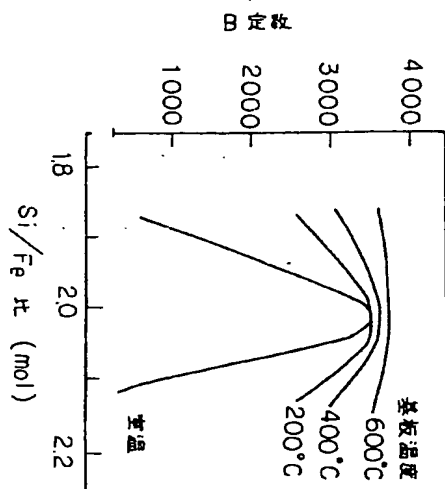
以上説明したように、本発明方法によれば、FeSi<sub>2</sub>薄膜においてその組成のずれに対するサーミスタ定数、ひいては抵抗温度係数の変化が小さいFeSi<sub>2</sub>薄膜を得ることができる。よって、サ

ーミスタとして好適なFeSi<sub>2</sub>薄膜を得ることができる。

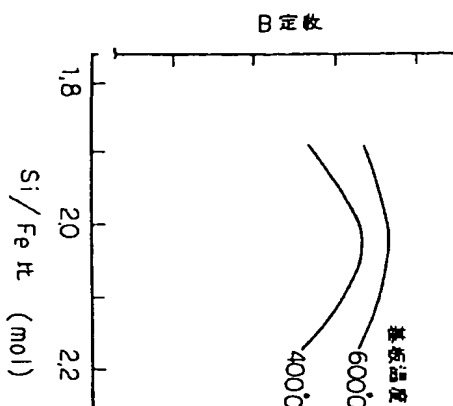
#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の一実施例に係るFeSi<sub>2</sub>薄膜の形成方法により形成された薄膜の組成比とB定数との関係を示すグラフ、第2図は他の実施例に係るFeSi<sub>2</sub>薄膜の組成比とサーミスタ定数との関係を示すグラフ、第3図は従来の薄膜形成方法による薄膜の組成比とB定数の関係を示すグラフである。

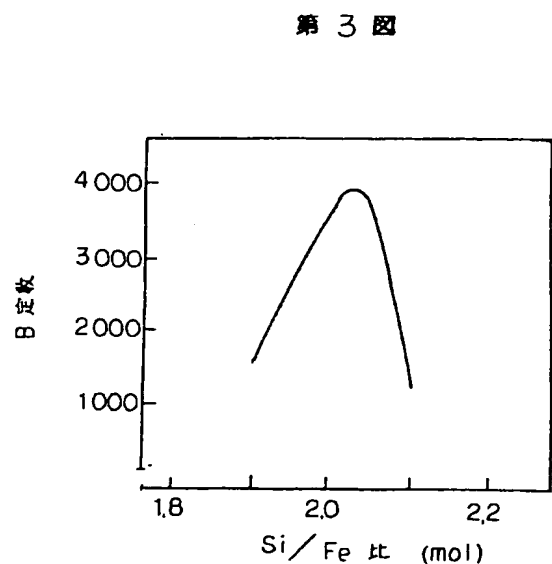
特許出願人 三菱金属株式会社 (外1名)  
代理人 弁理士 桑井 清一 (外1名)



第1図



第2図



第3図

BEST AVAILABLE COPY